

L3 ANSWER 1 OF 1 HCAPLUS COPYRIGHT 2005 ACS on STN
ACCESSION NUMBER: 1996:756536 HCAPLUS Full-text

DOCUMENT NUMBER: 126:59671

ENTRY DATE: Entered STN: 26 Dec 1996

TITLE: Energy-efficient process for the preparation of methyl fatty acid esters and glycerol by the ambient-temperature transesterification of triglycerides in the presence of methanol and a sodium hydroxide catalyst

INVENTOR(S): Craveiro, Afranio Aragao; Sales, Eraldo Sampaio

PATENT ASSIGNEE(S): Craveiro, Afranio Aragao, Brazil; Sales, Eraldo Sampaio; Cetrede-Parque De Desenvolvimento Tecnologico

SOURCE: Braz. Pedido PI, 7 pp.

CODEN: BPXXDX

DOCUMENT TYPE: Patent

LANGUAGE: Portuguese

INT. PATENT CLASSIF.:

MAIN: C07C-027/02

SECONDARY: C07C-031/22; C07C-067/02; C07C-069/30

CLASSIFICATION: 23-17 (Aliphatic Compounds)

Section cross-reference(s): 45, 48, 67

FAMILY ACC. NUM. COUNT: 1

PATENT INFORMATION:

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
BR---9503081	A	19960806	1995BR-0003081	19950629 <--
PRIORITY APPLN. INFO.:			1995BR-0003081	19950629

PATENT CLASSIFICATION CODES:

PATENT NO.	CLASS	PATENT FAMILY CLASSIFICATION CODES
BR 9503081	ICM	C07C-027/02
	ICS	C07C-031/22; C07C-067/02; C07C-069/30

ABSTRACT:

High-quality Me fatty acid esters and glycerol are prepared in an energy-efficient process by the ambient-temperature transesterification of triglycerides in ≤ 30 min in the presence of methanol and a sodium hydroxide catalyst.

SUPPL. TERM: methyl fatty acid ester prepn; triglyceride transesterification prepn fatty acid ester; glycerol prepn triglyceride transesterification

INDEX TERM: Glycerides, reactions

ROLE: RCT (Reactant); RACT (Reactant or reagent)

acid (energy-efficient process for the preparation of Me fatty

esters and glycerol by ambient-temperature

transesterification of triglycerides in the presence of methanol and sodium hydroxide)

INDEX TERM: Fatty acids, preparation

ROLE: IMF (Industrial manufacture); SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation)

(esters, Me; energy-efficient process for the preparation of Me fatty acid esters and glycerol by ambient-temperature transesterification of triglycerides in the presence of methanol and sodium hydroxide)

INDEX TERM: Transesterification

(of triglycerides in the presence of methanol and sodium hydroxide for the preparation of Me fatty acid esters)

DOW RESTRICTED - For internal use only

INDEX TERM: Transesterification catalysts
(sodium hydroxide for the preparation of Me fatty acid esters
and glycerol by ambient-temperature transesterification of
triglycerides in the presence of methanol)

INDEX TERM: 1310-73-2, Sodium hydroxide, uses
ROLE: CAT (Catalyst use); USES (Uses)
(energy-efficient process for the preparation of Me fatty
acid
esters and glycerol by ambient-temperature
transesterification
of triglycerides in the presence of methanol and a sodium
hydroxide catalyst)

INDEX TERM: 56-81-5P, Glycerin, preparation 67-56-1DP, Methanol, fatty
acid esters, preparation
ROLE: IMF (Industrial manufacture); SPN (Synthetic
preparation); PREP (Preparation)
(energy-efficient process for the preparation of Me fatty
acid
esters and glycerol by ambient-temperature
transesterification
of triglycerides in the presence of methanol and a sodium
hydroxide catalyst)



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
Ministério da Indústria, do Comércio e do Turismo
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) (21) **PI 950308-i-6 A**

(22) Data de Depósito: 29/08/95

(43) Data de Publicação: 06/08/96 (RPI 1340)

(51) Int. Cl.
C07C 27/02
C07C 31/22
C07C 67/02
C07C 69/30



(54) Título: Processo de obtenção de ésteres metílicos e glicerina à temperatura ambiente a partir de triglicérides

(71) Depositante(s): Afrânio Aragão Craveiro. (BR/CE); Erildo Sampaio Sales. (BR/CE); CETREDE - Parque de Desenvolvimento Tecnológico. (BR/CE)

(72) Inventor(es): Afrânio Aragão Craveiro.; Erildo Sampaio Sales.

(57) Resumo: Patente de invenção: "PROCESSO DE OBTENÇÃO DE ÉSTERES METÍLICOS E GLICERINA À TEMPERATURA AMBIENTE A PARTIR DE TRIGLICERÍDEOS". Patente de invenção do processo de obtenção de ésteres metílicos e glicerina a partir de ácidos graxos de triglicérides, que são importantes matérias-primas para a produção de intermediários da indústria farmacêutica, cosmética e de aromatizantes, visando substituir a impropriedade de importantes intermediários da indústria química. O processo caracteriza-se por produzir os ésteres metílicos dos ácidos graxos de triglicérides, à temperatura ambiente, utilizando-se metanol e NaOH como catalisador, sem consumo de energia, em tempo reduzido e obtendo ésteres de melhor qualidade em comparação aos ésteres obtidos por transesterificações convencionais.

Relatório descritivo da patente de Invenção "PROCESSO DE OBTENÇÃO DE ÉSTERES METÍLICOS E GLICERINA À TEMPERATURA AMBIENTE A PARTIR DE TRIGLICERÍDEOS".

5 A atual invenção se refere a um processo de obtenção de ésteres metílicos utilizando-se uma técnica de transesterificação que ocorre à temperatura ambiente. As matérias-primas para o processo são triglicerídeos de um modo geral. A reação química é mostrada no quadro do anexo-01. As etapas do processo mencionado são:

10 **A.PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO DE NaOH EM METANOL.** Uma solução 5% de NaOH é preparada em metanol utilizando-se metanol comercial(96%) e NaOH comercial (98%). Esta solução funciona como catalisador e como fonte do álcool necessário à transesterificação.

B.ADIÇÃO DO TRIGLICERÍDEO À SOLUÇÃO NaOH /METANOL. A adição deve ser feita lentamente sob agitação, para que a mistura fique homogênea.

15 **C.REAÇÃO DO TRIGLICERÍDEO COM METANOL CATALISADA POR NaOH.** Depois de adicionado o triglicerídeo à solução de NaOH em metanol, a mistura deverá ser agitada durante 30 minutos, tempo necessário para se completar a reação.

20 **D.NEUTRALIZAÇÃO DO NaOH(CATALISADOR) E REMOÇÃO DO EXCESSO DE METANOL E DA GLICERINA FORMADA.** Uma solução de HCl de concentração 10 g/l é adicionada ao meio reacional sob forte agitação durante 15 minutos. Após este tempo a mistura é transferida para um decantador onde permanece por 20 minutos em repouso, ocorrendo a completa separação de fases: a inferior com excesso de metanol, a glicerina e o NaCl formado e

a fase superior onde estão os ésteres metílicos dos ácidos graxos do triglicerídeo.

Com o crescimento da indústria farmacêutica, cosmética e de aromatizantes em todo mundo e com o advento da indústria do biodiesel(diesel a partir de óleos vegetais) na Europa e nos EUA, existe um aumento acentuado na
5 demanda de ésteres metílicos de ácidos graxos.

Os atuais ésteres metílicos são obtidos normalmente por um processo de transesterificação com refluxo de metanol no triglicerídeo utilizando ácido sulfúrico como catalisador, demandando grande quantidade de energia já que várias horas
10 são necessárias para completar a reação, onerando o produto e comprometendo a qualidade do mesmo. O catalisador utilizado, no caso o ácido sulfúrico, por ser um ácido forte, chega a oxidar pequena parte do triglicerídeo, da glicerina e do éster formado durante a reação, originando pigmentos que tomam o produto com uma coloração avermelhada, característica de reações de oxidação.

Considerando-se o aumento na demanda dos intermediários acima
15 mencionados e a possibilidade de substituir as importações que hoje são feitas desses intermediários, se tornava necessário o desenvolvimento de um processo que fosse ao mesmo tempo simples, de baixo custo e gerasse um produto que pudesse competir internacionalmente.

Assim sendo descreve-se nesse pedido de patente, um novo processo para
20 obtenção de ésteres metílicos de ácidos graxos que, além de rápido e eficiente, não utiliza altas temperaturas, permite a recuperação fácil da glicerina e não forma produtos secundários indesejados, dando um produto final sem maiores necessidades de purificação.

39503061

Exemplo-01:

Prepara-se uma solução de NaOH em metanol (5%), utilizando-se reagentes comerciais (metanol 96% e NaOH 98%) e adiciona-se 23 ml em um balão de 250 ml agitando-se com agitador magnético durante cerca de 20 minutos. Após
5 dissolução do NaOH, adiciona-se 100 ml de óleo de mamona (óleo de ricino comercial) através de funil de adição levando-se cerca de 2 minutos para a total adição. A mistura é então agitada durante 30 minutos, tempo necessário para completar a reação. Adiciona-se 100 ml de uma solução de concentração 10 g/l de HCl em água, deixando-se a mistura sob agitação por 15 minutos para que ocorra a
10 neutralização do NaOH. A mistura é então transferida para um funil de decantação onde irá ocorrer a separação de fases: a inferior contendo cerca de 10 ml de metanol (excesso utilizado para favorecer o equilíbrio da reação), cerca de 8 ml de glicerina formada na reação e cerca de 2 g de NaCl produto da neutralização e a fase superior contendo essencialmente os ésteres metílicos do triglicerídeo com 5% de umidade. A
15 fase inferior é retirada para posterior tratamento e aproveitamento da glicerina e a fase superior é seca estando pronta para posterior utilização.

Exemplo-02:

Prepara-se a solução de NaOH em metanol como no exemplo-01, então adiciona-se 100 ml de óleo de milho comercial através de um funil de adição
20 levando-se cerca de 2 minutos para a total adição. Agita-se a mistura durante 30 minutos, tempo necessário para completar a reação. Adiciona-se 100 ml de uma solução de concentração 10 g/l de HCl em água e procede-se o tratamento como o descrito no exemplo-01.

29503081

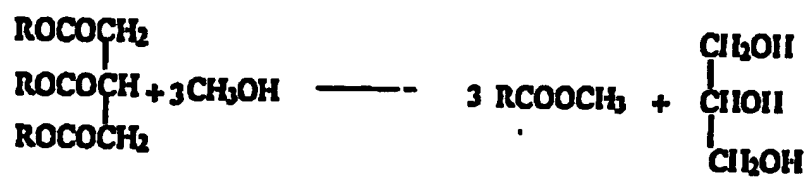
REIVINDICAÇÕES

1. Processo para produzir ésteres metílicos à temperatura ambiente a partir de ácidos graxos de triglicerídeos, permitindo a recuperação da glicerina formada.

- 5 a) utilização de NaOH como catalisador para a transesterificação que ocorre a temperatura ambiente em período máximo de 30 minutos, em quanto que nas transesterificações normais usa-se calor para refluxo e várias horas são necessárias para que a reação ocorra.**

39503061

ANEXO 01



QUADRO DEMONSTRATIVO DA REAÇÃO DE TRANSESTERIFICAÇÃO
ÁCIDOS GRAXOS DE TRIGLICERIDEOS

BR 9503081

RESUMO

Patente de Invenção: " PROCESSO DE OBTENÇÃO DE ÉSTERES METÍLICOS E GLICERINA À TEMPERATURA AMBIENTE A PARTIR DE TRIGLICERÍDEOS".

Patente de invenção do processo de obtenção de ésteres metílicos e glicerina a partir de ácidos graxos de triglicerídeos, que são importantes matérias-primas para a produção de intermediários da indústria farmacêutica, cosmética e de aromatizantes, visando substituir a importação de importantes intermediários da indústria química.

O processo caracteriza-se por produzir os ésteres metílicos dos ácidos graxos de triglicerídeos, à temperatura ambiente, utilizando-se metanol e NaOH como catalisador, sem consumo de energia, em tempo reduzido e obtendo ésteres de melhor qualidade em comparação aos ésteres obtidos por transesterificações convencionais.